

Publication number (Examined): 49-39887
Date of publication of application: 29.Oct.74

Application number: 44-5691
Date of filing: 28.Jan.69

**"PROCESS FOR MANUFACTURING SILICON CARBIDE WITH THIN
MULTI LAYER STRUCTURE "**

What is claimed is:

1. A process for manufacturing silicon carbide with thin multi layer structure where a cellulose sheet of thin multi layer structure processed by a resin is carbonized under non-oxide atmosphere to form a carbon moulding which corresponds to said structure and said carbon moulding is made to be silicon carbide.

BEST AVAILABLE COPY

⑤ Int. Cl.

C 04 b 35/56
C 04 b 21/00
C 04 b 39/12
B 32 b 3/12
C 01 b 31/36
F 28 d 1/02

⑥ 日本分類

20(3) C 221
20(3) A 12
20(3) A 4
20(3) A 111
15 N 11
69 C 3

⑦ 日本国特許庁

特 許 公 報

⑧ 特許出願公告

昭49-39887

⑨ 公告 昭和49年(1974)10月29日

発明の数 1

(全2頁)

1

⑩ 炭化珪素多層薄肉構造体の製造法

⑪ 特 願 昭44-5691

⑫ 出 願 昭44(1969)1月28日

⑬ 発 明 者 西川武夫

茅が崎市松が丘1の6の15

⑭ 出 願 人 日本オイルシール工業株式会社
東京都港区芝宮本町36の1

⑮ 代 理 人 弁理士 吉田俊夫

発明の詳細な説明

本発明は、炭化珪素多層薄肉構造体の製造法に関する。更に詳しくは、炭素多層薄肉構造体を炭化珪素化させる炭化珪素多層薄肉構造体の製造法に関する。

炭化珪素(カーボランダム)は、硬度が非常に大きいので特に硬度が要求される用途に用いられており、他方高温における強度と熱伝導性から耐火物として、またそのすぐれた電気特性から非金属抵抗体としてなど種々の用途がある。炭化珪素は、使用に際しては、多くの場合当然成形体の形で用いられるが、炭化珪素の前記の特性、殊にその大きい硬度などの故に、その成形性は著しく悪い。従つて、成形材料としては、脆い材料であると称することができる。

従来行われていた炭化珪素成形体の製造法としては、一般には無水珪酸、炭素、炭化珪素などをコールタールピッチまたは合成樹脂バインダーで捏合し、押出成形機またはモールド成形機により棒状、パイプ状、ブロック状または簡単な異形の成形体に成形したものを非酸化性雰囲気中で加熱し、炭化珪素成形体を製造する方法が行われていた。この場合には、化学量論的には炭化珪素だけではなく、珪素または無水珪酸の形の物質が残っている。また、系全体が化学変化するので寸法的に変化が大きく、最初から目的の寸法の成形体を製造することは不可能に近い。このため、このよ

2

うな方法では任意形状の成形体を得ることは殆んど不可能であり、殊に炭化珪素の多層薄肉構造体などを得ることは絶望的であつたのが実情である。

- 5 本発明者は、かかる経緯に鑑みて炭化珪素多層薄肉構造体の製造法について研究の結果、目的とする炭化珪素多層薄肉構造体は、樹脂処理されたセルローズシートの多層薄肉構造体を非酸化性雰囲気中で炭化して前記構造体に対応する形状の炭素成形体となし、該炭素成形体を炭化珪素化させることにより得られることを見出した。得られた炭化珪素多層薄肉構造体は、新規の構造体を形成する。

- 製造法の第一工程は、セルローズシートの多層薄肉構造体の形成とそれを樹脂処理することよりなる。多層薄肉構造体は、薄い断面を有する多層の構造体、殊に波形によつて多層化された任意の断面形状を有する構造体であるが、その原骨格はセルローズシートによつて形成される。原骨格に用いられる素材としては、それに対応する形状の炭素成形体を得るために、加熱により溶融あるいは揮発することなく、ほぼその形状を保つたまま炭化されるセルローズシート、即ち紙などが最適である。

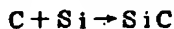
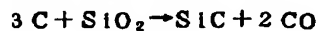
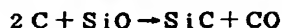
- 25 多層薄肉構造体は、樹脂処理されたあるいはされないシートを波付けし、これを片面に糊、接着剤などを塗布した同様に樹脂処理されたあるいはされないシートと組合せてハネカム状に巻きとるなどして形成することができる。形成された構造体は、次に樹脂処理される。樹脂処理は、樹脂がシートの内部迄浸透し、丈夫な組織を作るために必要である。このような樹脂処理を有効ならしめるためには、有孔質のシートが好ましく、この見地からしてもセルローズシートが選択される。樹脂処理によつてシートの腰は強くなり、細かい形状が正確に得られるようになるが、このような傾向は最初から樹脂処理されたシートを使用し多層

3

薄肉構造体とした場合に顕著である。使用される処理剤としては、炭化してからそれになるべく多く残つて、即ち炭化率の高いもので炭素成形体の強度を高めるようなものが望ましい。このためには、フェノール、フラン、エポキシ、インデンクロマン樹脂、コールタールピッチなどの樹脂質物質が用いられる。糊、接着剤としては、樹脂質物質と同じような炭化率を有するものであることが必要で、加熱中に揮発するものは用いられない。具体的には、シートに樹脂処理が既になされている場合には、フェノール、フラン、エポキシ樹脂などが、樹脂処理がなされていない場合には、この他に澱粉、アラビアゴムなども使用できる。

第二工程は、通常の処理方法によつて樹脂処理されたセルローズシートが多層薄肉構造体を非酸化性雰囲気中で炭化して前記構造体に対応する形状の炭素成形体となすことにある。非酸化性雰囲気は、アルゴン、ヘリウム、窒素、水素などの存在によつて達成される。炭化温度は、一般に約600~900℃附近である。この炭化条件下では、多層薄肉構造体を形成するセルローズシートがほぼその形状を保つたままセルローズ炭に炭化され、樹脂質物質、糊、接着剤なども同様に炭化されて樹脂炭となり、生成した炭素成形体を補強する動きをなす。

炭化珪素多層薄肉構造体を製造する最終工程は、炭素成形体を通常の方法に従つて炭化珪素化することよりなる。炭化珪素化は、一酸化珪素、二酸化珪素、珪素などを使用し、次式に従つて行われるが、この反応に際しても構造体の形状はほぼ維持される：



これらの反応のうち、一酸化珪素との反応が好ましく、この反応は約1700~2200℃、好ましくは約1900~1950℃で行われる。これ以下の反応温度では生成炭化珪素が結合しないがあるいは反応速度が小さいといった傾向がうかがわれ、逆にそれ以上では折角生成した炭化珪素が炭素と珪素とに分解する傾向に進む。

得られた炭化珪素多層薄肉構造体は、硬度、電気伝導度、熱伝導度、熱膨張率、耐熱性、耐薬品性などの諸性質の点において炭化珪素の特性が見出され、それらの特性に基いてガスタービン回転

4

蓄熱器のハネカムマトリックスなどに利用される。

次に実施例について本発明を説明する。

実施例 1

波付けした茶封筒紙と片面に糊（アラビアゴム）を塗布した茶封筒紙とをハネカム状に巻きとり、多層薄肉構造体を形成させた。

これを50℃で10時間乾燥させ、1ボイズの粘度を有する液状フェノール樹脂中に含浸し、浸漬後50mmHgで1時間減圧に保ち、更に80℃で10時間乾燥した。乾燥後、窒素ガス雰囲気中で毎時30℃の割合で800℃に昇温させて炭化し、以後放冷した。得られた炭素成形体を、炭素製の密閉容器中で一酸化珪素ガスと1900℃で2時間反応させた。原多層薄肉構造体に対応する形状の炭化珪素多層薄肉構造体を得られた。

実施例 2

茶封筒紙を50%ベークライトのメタノール溶液中に浸漬させ、80℃で軽く乾燥する。これに波付けしたものと片面に接着剤（ベークライト）を塗布したものとをハネカム状に巻きとり、多層薄肉構造体を形成させた。

これを実施例1と同様に処理して、炭化珪素多層薄肉構造体を得た。

実施例 3

実施例1と同様にして得られた炭素質多層薄肉構造体を窒素ガス雰囲気中の炭素製の密閉容器中でそこに共存させた珪素粉末と1900℃で2時間反応させた。原多層薄肉構造体に対応する形状の炭化珪素多層薄肉構造体を得られた。

実施例2と同様にして得られた炭素質多層薄肉構造体を用いた場合についても、同様の結果が得られた。

⑦特許請求の範囲

1 樹脂処理されたセルローズシートが多層薄肉構造体を非酸化性雰囲気中で炭化して前記構造体に対応する形状の炭素成形体となし、該炭素成形体を炭化珪素化させることを特徴とする炭化珪素多層薄肉構造体の製造法。

⑧引用文献

特 公 昭39-5825

特 公 昭39-10634

特 公 昭43-15080